環境技術実証モデル事業

化学物質に関する簡易モニタリング技術分野

# 化学物質に関する簡易モニタリング技術
# 実証試験結果報告書

| | |
|---|---|
| 環境技術開発者 | 日本エンバイロケミカルズ株式会社 |
| 技術・製品の名称 | 《技術名》ELISA法（酵素免疫測定法）<br>《製品名》ポリ臭化ジフェニルエーテル(PBDE)ＥＬＩＳＡキット（マグネティック・パーティクル） |

平成１８年３月

名　古　屋　市

## はじめに

環境技術実証モデル事業は、既に適用可能な段階にありながら、環境保全効果等についての客観的な評価が行われていないために普及が進んでいない先進的環境技術について、その環境保全効果等を第三者が客観的に実証する事業をモデル的に実施することにより、環境技術実証の手法・体制の確立を図るとともに、環境技術の普及を促進し、環境保全と環境産業の発展に資することを目的とするものである。

本実証試験は、平成１７年５月１６日　環境省総合環境政策局が策定した実証試験要領第２版に基づいて選定された実証対象技術について、同実証試験要領に準拠して実証試験を実施することで、製品性能の信頼性等を客観的に実証するものである。

（実証項目）

- 製品性能の信頼性
- 一般環境モニタリングでの実用性
- 製品操作等の簡便性

本報告書は、その結果を取りまとめたものである。

（実証機関）

名古屋市環境科学研究所

所長　柴田　伸幸

（要　　約）

| | |
|---|---|
| 製品名称 | ポリ臭化ジフェニルエーテル(ＰＢＤＥ)ＥＬＩＳＡキット<br>（マグネティック・パーティクル） |
| 環境技術開発者 | 日本エンバイロケミカルズ　株式会社 |
| 実証機関 | 名古屋市 |
| 対象物質 | ＰＢＤＥ－４７ |
| 実証試験の実施期間 | 平成 17 年 11 月 24 日～平成 18 年 2 月 13 日 |

## １．実証対象技術の概要

この実証対象製品は、ポリ臭化ジフェニルエーテル（PBDE）に対する特異的なポリクローナル抗体を応用した環境中（対象環境媒体：水質、底質、生物）の PBDE 測定 ELISA キットである。

ELISA の原理は、競合反応（PBDE 濃度が高い試料では吸光度が低く、PBDE 濃度が低い試料では吸光度が高い）で、マグネティック・パーティクルを使用したキットである。

## ２．実証試験の概要

実証試験項目の内容は、次のとおりである。

| 項　　目 | 内　　容 |
|---|---|
| １．基本的な性能 | |
| (1)測定範囲 | 市販標準品で調製した指定濃度系列の試験用試料（濃度既知）を用いた ELISA 測定値の変動等に基づき、数値的な設定の妥当性を実証する。 |
| (2)検出下限及び定量下限 | 市販標準品で調製した指定濃度系列の試験用試料（濃度既知）を用いて同一条件での同一操作の繰返しによる ELISA 測定値の標準偏差に基づき、数値的な設定の妥当性を実証する。 |
| (3)繰返し再現性 | 市販標準品で調製した指定濃度系列の中央付近の試験用試料（濃度既知）を用いて同一条件での同一操作の繰返しによる ELISA 測定値の変動等に基づき、再現性の妥当性を実証する。 |
| (4)日間再現性 | 同一測定者が市販標準品で調製した試験用試料（濃度既知）を用いて異なる条件（日付）での同一操作による ELISA 測定値の変動等に基づき、再現性の妥当性を実証する。 |
| (5)期間再現性 | 市販標準品で調製した試験用試料（濃度既知）を用いて製造後一定期間経過した製品の操作による ELISA 測定値の変動等に基づき、再現性の妥当性を実証する。 |
| (6)キット間再現性 | 市販標準品で調製した試験用試料（濃度既知）を用いて異なるロットや異なるキット間での ELISA 測定値の変動等に基づき、再現性の妥当性を実証する。 |

| | |
|---|---|
| (7)交差反応性 | 市販標準物質及び類似物質を用い調製した指定濃度系列の試験用試料（濃度既知）を用いて類似物質別の ELISA 測定値の相違等に基づき、交差反応性を実証する。 |
| ２．実用的な性能 | |
| (1)回収特性 | 環境試料を模擬し市販標準品で指定濃度範囲の中央付近の１濃度に混合調製した試験用試料（濃度既知）を用いた ELISA 測定値の比較に基づき、回収特性を実証する。 |
| (2)測定精度 | 複数の河川地点から得られた河川水の環境試料（濃度未知）を用いた ELISA 測定値の変動や操作手順・操作方法の特徴等に基づき、測定精度、前処理妥当性、操作簡便性等による環境試料への適用性を実証する。 |

**３．実証対象製品のデータ**

環境技術開発者より提出された実証対象製品のデータは、次のとおりである。

| 項目 | 記　入　欄 |
|---|---|
| 製品名 | ポリ臭化ジフェニルエーテル（PBDE）ELISA キット（マグネティック・パーティクル） |
| 型番 | 《販売元コード》未定（製造元コード：PN500090） |
| 販売・製造元 | 《販売》和光純薬工業（株）《輸入》日本エンバイロケミカルズ（株）《製造》Abraxis LLC（米国） |
| 重量（キット一式、g） | 1,300g |
| 価格（円） | 要照会 |
| 分析対象物質 | ポリ臭化ジフェニルエーテル |
| 対象環境媒体 | 水質・底質・生物・その他（土壌・穀物）水試料以外は抽出操作が必要。 |
| 利用用途 | 環境水（地下水、表流水、飲料水）、土壌、底質、魚類細胞、等のモニタリング |
| 標準試薬・種類 | 付属（調製済／調製要）PBDE-47 0,0.025,0.05,0.1,0.5,1.0ppb　各 50%メタノール溶液 |
| 操作環境（室温） | 15℃～30℃ |
| 製品保管条件 | 2～8℃ |
| 製品保証期間 | 製造後 12 ヶ月間 |
| 同時測定数（最多） | 40 試料（n=2 で 1 キット使用時） |
| 測定時間 | 1.1 時間（固相抽出等の試料の前処を除く） |

## ４．実証試験結果の概要

| 項目 | 結果概要 | |
|---|---|---|
| 実証機関 | 名古屋市環境科学研究所 | |
| 製品名称 | ポリ臭化ジフェニルエーテル（PBDE）ELISA キット（マグネティック・パーティクル） | |
| 環境技術開発者 | 日本エンバイロケミカルズ株式会社 | |
| 対象物質 | ポリ臭化ジフェニルエーテル-47 | |
| 実証試験計画書の策定 | 平成 17 年 10 月 | |
| 実証試験の実施期間 | 平成 17 年 11 月 24 日～平成 18 年 2 月 13 日 | |
| 1）基本的な性能 | 実験データ | 【参考：製品データ】 |
| ①測定範囲 | 調製濃度 0.025～1.0μg/L での相対値：<br>100～126%、CV：1.7～10.3% | 0.025～1.0 μg/L |
| ②検出下限<br>及び定量下限 | 調整濃度 0.025μg/L の SD より求めた検出下限(3SD:検出下限 1):0.0033μg/L、定量下限(10SD):0.011 μg/L<br>0 濃度より求めた検出下限(検出下限 2)：0.0053 μg/L | 検出下限：0.020μg/L<br>定量下限：0.025μg/L |
| ③繰返し再現性 | 調製濃度 0.10 μg/L での<br>標準偏差：0.0017　CV%：1.7% | 標準偏差：0.006<br>CV%：2.74%<br>（測定濃度：0.2μg/L） |
| ④日間再現性 | 調製濃度 0.025～1.0 μg/L での<br>標準偏差：0.0017～0.25　CV%：1.6～20.6% | 標準偏差：0.0021<br>CV%：2.2%<br>（測定濃度：0.10μg/L） |
| ⑤期間再現性 | 調製濃度 0.025～1.0 μg/L での<br>0 ヶ月の標準偏差：0.003～0.064　CV%：1.7～10.3%<br>1 ヶ月の標準偏差：0.001～0.408　CV%：1.0～26.8% | 標準偏差：0.0045<br>CV%：4.74%<br>（測定濃度：0.10μg/L） |
| ⑥キット間再現性 | 調製濃度 0.025～1.0 μg/L での<br>標準偏差：0.0009～0.055　CV%：1.7～12.2% | 標準偏差：0.02<br>CV%：3.89%<br>（測定濃度：0.50μg/L） |
| ⑦交差反応性 | 交差反応率：<br>PBDE-99：88.1%<br>PBDE-28：10.3%<br>PBDE-100：3.83% | 交差反応率：<br>PBDE-99：90.0%<br>PBDE-28：15.0%<br>PBDE-100：2.45% |
| 2）実用的な性能 | | |
| ①回収特性 | 対象物質を終濃度 0.10 μg/L となるよう PBDE-47 を添加した河川水に、妨害物質としてフミン酸ナトリウム 0～50mg/L を添加した場合の回収率 105～114% | 回収率 90.2～108.3%（検体：水道原水、井戸水、池、配水路） |
| ②測定精度等 | ３地点の河川水について ELISA 法、GC/MS 法とも検出されず<br>(ELISA:0.0033 μg/L 以下、GC/MS:0.0005μg/L 以下)<br><br>＜PBDE-47 添加試験＞<br>原水に 0.04 μg/L 添加(ELISA 測定時濃度 0.02 μg/L)<br>ELISA 法：回収率 91.8～116%、CV% 2.58～9.7%<br>GC/MS 法：回収率 51.3～75.4%、CV% 0.93～12.2% | 記述なし |
| ③その他 | | 魚類細胞測定時の GC/MS との相関<br>R=0.872 |

結果の検討と考察

1) 製品性能の信頼性

実証試験で実施した基本性能７項目の全ての結果から、0.025～1.0μg/L の濃度範囲において、申請者製品データと比較して、ほぼ妥当な製品性能の信頼性を確認した。

2) 一般環境モニタリングでの実用性

河川水に定量下限値付近の低濃度(0.04μg/L)の PBDE-47 を添加した実験において、良好な回収率を示した。環境水中の PBDE 濃度は、低濃度であるため、適切な前処理を行えば実用化が可能である。また、底質・母乳などの PBDE の検出が報告されている媒体での知見を蓄積することにより、より有効な測定キットと期待される。

3) 製品操作等の簡便性

本キットの利点としては、迅速に（２時間：前処理を含まない）多試料（１３試料：３重測定）の環境試料を同時に定量することが可能な点、マイクロプレートリーダーを必要とせず吸光光度計があれば測定可能である点などが挙げられる。一方、欠点としては、吸光度測定に時間を要することから、多検体をこなす場合、酵素基質添加から吸光度測定に至るまで、厳密な時間管理を行わないと真値からのずれが大きくなる恐れがある点が挙げられる。

また、キット付属取扱説明書は、英語で書かれているが、メーカーのホームページには、取扱ビデオ映像があるので、間違えることなく実施可能である。

（本　　編）

# 目　次

1.実証試験の概要……1
1.1 実証対象製品のデータ……1
1.2 実証試験結果……2
(1)基本的な性能……2
(2)実用的な性能……3
2.実証対象技術及び実証対象製品の特性と説明……4
2.1 実証申請者……4
2.2 実証対象技術の原理……4
2.3 実証対象製品のデータ（性能、製品製造者、製品番号等）……4
3.実証試験実施体制……5
3.1 実証試験申請者……5
3.2 実証試験実施者……6
3.3 実証試験実施場所……6
(1)ＥＬＩＳＡ法……6
(2)機器分析法……6
3.4 実証試験実施期間……6
4. 試験方法……7
4.1 共通して行う試験操作……7
(1)製品の操作……7
(2)検量線作成用標準溶液の調製……7
(3)吸光度の測定……7
(4)検量線の作成……7
(5)実測濃度の算出……7
4.2 基本的な性能……8
(1)測定範囲……8
(2)検出下限及び定量下限……9
(3)繰返し再現性……10
(4)日間再現性……11
(5)期間再現性……12
(6)キット間再現性……13
(7)交差反応性……14
4.3 実用的な性能……15
(1)回収特性……15
(2)測定精度等……16
5.試験結果……17
5.1 基本的な性能……17
(1)測定範囲……17

(2)検出下限及び定量下限 ····· 19
(3)繰返し再現性 ····· 21
(4)日間再現性 ····· 23
(5)期間再現性 ····· 27
(6)キット間再現性 ····· 30
(7)交差反応性 ····· 34
5.2 実用的な性能 ····· 39
(1)回収特性 ····· 39
(2)測定精度等 ····· 40
6.実証試験結果の検討と考察 ····· 45
(1)製品性能の信頼性 ····· 45
(2)一般モニタリングでの実用性 ····· 45
(3)製品操作の簡便性 ····· 45

付録　　実証試験計画書

## 1．実証試験の概要

### 1.1 実証対象製品のデータ

環境技術開発者より提出された実証対象製品のデータは、下表に示すとおりである。

**表 1.1.1 実証対象製品のデータ**

| 項目 | 記　入　欄 |
|---|---|
| 技術・製品の名称 | ポリ臭化ジフェニルエーテル（PBDE）ELISA キット（マグネティック・パーティクル） |
| 実証申請者 | 日本エンバイロケミカルズ株式会社　代表取締役社長　小林　厚夫 |
| 実証試験実施者 | 名古屋市環境科学研究所　所長　柴田　伸幸 |
| 実証試験実施場所 | 〒457-0841　名古屋市南区豊田 5-16-8<br>名古屋市環境科学研究所 |
| 実証試験実施期間 | 平成１７年１１月２４日～平成１８年２月１３日 |
| 製品名 | ポリ臭化ジフェニルエーテル（PBDE）ELISA キット（マグネティック・パーティクル） |
| 型番 | 《販売元コード》未定（製造元コード：PN500090） |
| 販売・製造元 | 《販売》和光純薬工業（株）《輸入》日本エンバイロケミカルズ（株）<br>《製造》Abraxis LLC（米国） |
| 重量（g） | 1,300ｇ |
| 価格（円） | 未定 |
| 分析対象物質 | ポリ臭化ジフェニルエーテル |
| 対象環境媒体 | (水質)・底質・(生物)・その他（　　）　水試料以外は抽出操作が必要。 |
| 利用用途 | 環境水（地下水、表流水、飲料水）、土壌・底質、魚類細胞、等のモニタリング |
| 標準試薬・種類 | (付属)（(調製済)／調製要）PBDE-47 0,0.025,0.05,0.1,0.5,1.0μg/l　各 50%メタノール溶液 |
| 操作環境（室温） | 15℃～30℃ |
| 製品保管条件 | 2～8℃ |
| 製品保証期間 | 製造後 12 ヶ月間 |
| 同時測定数（最多） | 40 試料（n=2 で 1 キット使用時） |
| 全体測定時間 | 1.1 時間（固相抽出等の前処理時間を除く） |

## 1.2 実証試験結果

### (1) 基本的な性能

#### ① 測定範囲

申請データ：0.025～1.0μg/L

実証データ：0.025～1.0μg/L (0.025,0.05,0.10,0.50,1.0μg/L にて実施)

(変動係数：1.7%～10.3%、相対値%：100～126%)

#### ② 検出下限及び定量下限

申請データ：検出下限 0.020μg/L 定量下限 0.025μg/L

実証データ：検出下限１ 0.0033μg/L 定量下限 0.011μg/L

検出下限２ 0.0053μg/L

検出下限 1：指定濃度系列下限付近の濃度についての 8 回繰り返し測定で得られた測定濃度の標準偏差（SD）より、3 倍の値（3SD）として得られた値。定量下限はこの標準偏差の 10 倍の値（10SD）。

検出下限 2：指定濃度系列 0 濃度についての 10 回繰り返し測定で得られた吸光度の標準偏差（SD）の 3SD 値を、0 濃度の吸光度から差し引いた吸光度より、検量線で換算された値。

#### ③ 繰返し再現性

申請データ：標準偏差 0.006　変動係数 2.74%

実証データ：標準偏差 0.0017　変動係数 1.7% (0.10μg/L にて実施)

#### ④ 日間再現性

申請データ：標準偏差 0.0021　変動係数 2.2%

実証データ：標準偏差 0.0017～0.25　変動係数 1.6～20.6%

(測定濃度 0.025～1.0μg/L にて実施)

#### ⑤ 期間再現性

申請データ：標準偏差 0.0045　変動係数 4.74%

実証データ：0 ヶ月　標準偏差 0.003～0.064　変動係数 1.7～10.3%

1 ヶ月　標準偏差 0.001～0.408　変動係数 1.0～26.8%

(測定濃度 0.025～1.0μg/L にて実施)

#### ⑥ キット間再現性

申請データ：標準偏差 0.02　変動係数 3.89%

実証データ：標準偏差 0.0009～0.055　変動係数 1.7～12.2%

(測定濃度 0.025～1.0μg/L にて実施)

**⑦ 交差反応性**

申請データ：PBDE-99:90.0%　PBDE-28:15.0%　PBDE-100:2.45%

実証データ：PBDE-99:88.1%　PBDE-28:10.3%　PBDE-100:3.83%

(PBDE-99:0.025～1.0μg/L、PBDE-28:0.05～5.0μg/L、PBDE-100:0.1～50μg/L にて実施)

**(2) 実用的な性能**

**① 回収特性**

申請データ：回収率 90.2～108.3% (0.0625～0.5μg/L にて実施)

（試料：水道原水、井戸水＝飲料水、池、配水路から採水）

実証データ：回収率 105～114% (0.10μg/L にて実施)

(試料：河川水にフミン酸ナトリウムを 0～50mg/L 添加)

**② 測定精度等**

申請データ：記述なし

実証データ：３地点の河川水を採取し、ELISA 法、GC/MS 法にて、定量したところ、いずれの試料でも検出されなかった。したがって、PBDE-47 を 0.04 μg/L となるように各試料に添加し、ELISA 法、GC/MS 法により定量を試みた。

その結果、ELISA 法での回収率は、91.8～116%(CV%:2.5～9.7%)となった。

GC/MS での回収率は、51.3～75.4%(CV:0.93～12.2%)となった。

## 2．実証対象技術及び実証対象製品の特性と説明

### 2.1 実証申請者

企　業　名：日本エンバイロケミカルズ株式会社
担当者所属・氏名：事業開発室　室長　道正　伸
住　　所　：〒105-0023　東京都港区芝浦一丁目2番1号　シーバンスN館9階
電話番号　：03-5444-9891
ＦＡＸ番号：03-5444-9860
e-mailアドレス：eco@jechem.co.jp

### 2.2 実証対象技術の原理

この実証対象製品は、ポリ臭化ジフェニルエーテル（PBDE）に対する特異的なポリクローナル抗体を応用した、環境中（対象環境媒体：水質、底質、生物）のPBDE測定ELISAキットである。
ELISAの原理は、競合反応（PBDE濃度が高い試料では吸光度が低く、PBDE濃度が低い試料では吸光度が高い）で、マグネティック・パーティクルを使用したキットである。

### 2.3 実証対象製品のデータ（性能、製品製造者、製品番号等）

実証対象製品のデータは、下表に示すとおりである。

**表 2.3.1 製品データ**

| 項目 | 記　入　欄 |
|---|---|
| 製品名 | ポリ臭化ジフェニルエーテル(PBDE)ELISA キット<br>（マグネティック・パーティクル） |
| 型番 | 《販売元コード》未定（製造元コード：PN500090） |
| 販売・製造元 | 《販売》和光純薬工業（株）《輸入》日本エンバイロケミカルズ（株）<br>《製造》Abraxis LLC（米国） |
| 重量（g） | 1,300g |
| 価格（円） | 未定 |
| 分析対象物質 | ポリ臭化ジフェニルエーテル |
| 対象環境媒体 | (水質)・(底質)・(生物)・その他（　　）　水試料以外は抽出操作が必要。 |
| 利用用途 | 環境水(地下水、表流水、飲料水)、土壌・底質、魚類細胞、等のモニタリング |
| 標準試薬・種類 | (付属)・(調製済／調製要)　PBDE-47　0, 0.025, 0.50, 0.1, 0.5, 1.0ppb 各 50%メタノール溶液 |
| 操作環境（室温） | 15℃～30℃ |
| 製品保管条件 | 2～8℃ |
| 製品保証期間 | 製造後 12 ヶ月間 |
| 同時測定数（最多） | 40 試料（n=2 で 1 キット使用時） |
| 測定時間 | 1.1 時間（固相抽出等の前処理時間を除く） |

## 3.実証試験実施体制

### 3.1 実証試験申請者

実施責任者：名古屋市環境局公害対策課長　　加藤 明
所属部署　：環境局公害対策課　有害物質対策係
担当者氏名：中村　清志
住　　所　：〒460-0001 名古屋市中区三の丸三丁目１番１号
電話番号　：052-972-2677
ＦＡＸ番号：052-972-4155
e-mail アドレス：a2677@kankyokyoku.city.nagoya.lg.jp

### 3.2 実証試験実施者

実施責任者：名古屋市環境科学研究所　所長　柴田 伸幸
試験担当者氏名：　(ELISA 法)　水質部　研究員　山守 英朋
(機器分析)　水質部　主任研究員　渡辺 正敏
ダイオキシン分析研究センター
研究員　鈴木 直喜
連絡窓口　：水質部　主任研究員　小島 節子
住　　所　：〒457-0841　名古屋市南区豊田五丁目 16 番１号
電話番号　：052-692-8481
ＦＡＸ番号：052-692-8483
e-mail アドレス：kojima@nagoyakankaken.office.to

### 3.3 実証試験実施場所

**(1) ＥＬＩＳＡ法**

名古屋市環境科学研究所　水質部

**(2) 機器分析法**

名古屋市環境科学研究所　水質部・ダイオキシン分析研究センター

### 3.4 実証試験実施期間

平成１７年１１月２４日～平成１８年2月１３日

## 4.試験方法

### 4.1 共通して行う試験操作

「4.2 基本的な性能」及び「4.3 実用的な性能」において、以下の方法は共通である。

#### (1) 製品の操作

製品の操作にあたっては、製品の取扱説明書を遵守するとともに、ＥＬＩＳＡに係わる品質管理システムの試験操作手順（一般的な事項）に従って行った。

本キットは、ＥＬＩＳＡプレートのかわりに、試験管を用い行うため、試験に先だって、試験管をキムワイプなどでよくふき取った後、吸光度を測定し、可能な限り吸光度を揃える目的で、測定方向を規定するためのマーキングを施し、450nm における吸光度変化の最大幅を 0.010 として実施した[注1)]。また、吸光度測定までの全ての操作で、ストップウォッチを用い一定間隔で行った[注2)]。

#### (2) 検量線作成用標準溶液の調製

製品の取扱説明書に記載の方法により、検量線用標準溶液の希釈系列を調製した。

#### (3) 吸光度の測定

吸光度は、ハンディーフォトメーター（SCETI 製 MODEL6+）で測定し、検量線作成用標準溶液及び各試験用試料溶液の吸光度とした。

#### (4) 検量線の作成

試験管毎に波長 450nm で吸光度を測定した標準溶液指定濃度系列の吸光度(３重測定の平均値)から、４パラメーターによりロジスティック曲線を近似した標準曲線を作成した。(検量線作成用の解析ソフト：Labsystem 社製 GENESIS-LITE)

#### (5) 実測濃度の算出

「(4)検量線の作成」で作成した検量線を用いて、各試験用試料溶液の吸光度から各実測濃度を算出した。

注１） 試験管毎の汚れおよびガラス肉厚の差によるセル誤差が懸念されたので実施したが、後の解析において、0.5μg/L 以下の濃度では、箱から出したそのままの試験管を用いた場合のセル差による定量値への影響は、最大でも 10%以内と問題となるレベルではなかったことと、1.0μg/L では、43%の定量誤差を示したが、マーキングを行ったものでも、23%の誤差があり、1.0μg/L では、他の誤差要因の影響が考えられた。

注２） 本キットは反応停止から、15 分以内に吸光度の測定を行うことを推奨している。したがって、多検体を同時に試験する場合、発色基質添加の操作より吸光度測定の操作まで、一定間隔で行わなければ、全検体を 15 分以内に吸光度測定を行うことが不可能となる。

## 4.2 基本的な性能

### (1) 測定範囲

#### ① 試験条件

本製品の測定範囲における試験条件は、下表に示すとおりである。

**表 4.2.1 測定範囲の試験条件**

| 項目 | 内容 |
|---|---|
| 実証項目 | 基本的な性能・測定範囲(標準試料試験) |
| 対象物質 | ポリ臭化ジフェニルエーテル |
| 対象製品名 | ポリ臭化ジフェニルエーテル（PBDE）ELISA キット（マグネティック・パーティクル） |
| 製品番号 | ロット番号：５Ｊ１７５６ |
| 製造年月日 | 平成１７年１０月 |
| 測定範囲（製品仕様） | ０．０２５～１．０μg/L |
| 試験日時 | 平成１７年１１月３０日　１０：３０～１２：３０ |
| 試験場所 | 名古屋市環境科学研究所　防止技術実験室 |
| 試験時室内温度 | ２０℃±１℃ |
| 使用した市販標準品 | 物質名：PBDE-47　試薬会社名：AccuStandard INC.<br>製品番号：BDE-047S　ロット番号：B2090083 |
| 検量線用ソフト名 | GENESIS-Lite（Labsystems 社製） |
| 試験機関・担当者 | 名古屋市環境科学研究所　水質部　研究員　山守 英朋 |

#### ② 試験操作

実証試験計画書に従い実施した。

### (2) 検出下限及び定量下限

#### ① 試験条件

本製品の検出下限及び定量下限における試験条件は、下表に示すとおりである。

**表 4.2.2 検出下限及び定量下限の試験条件**

| 項目 | 内容 |
|---|---|
| 実証項目 | 基本的な性能・検出下限及び定量下限(標準試料試験) |
| 対象物質 | ポリ臭化ジフェニルエーテル |
| 対象製品名 | ポリ臭化ジフェニルエーテル（PBDE）ELISA キット（マグネティック・パーティクル） |
| 製品番号 | ロット番号：５Ｊ１７５６ |
| 製造年月日 | 平成１７年１０月 |
| 測定範囲（製品仕様） | ０．０２５～１．０μg/L |
| 試験日時 | ①平成１７年１１月２９日　９：５５～１２：２０<br>②平成１７年１１月２９日　１３：３０～１５：４５ |
| 試験場所 | 名古屋市環境科学研究所　防止技術実験室 |
| 試験時室内温度 | ①　２０℃±１℃<br>②　２０℃±１℃ |
| 使用した市販標準品 | 物質名：PBDE-47　試薬会社名：AccuStandard INC.<br>製品番号：BDE-047S　ロット番号：B2090083 |
| 検量線用ソフト名 | GENESIS-Lite（Labsystems 社製） |
| 試験機関・担当者 | 名古屋市環境科学研究所　水質部　研究員　山守 英朋 |

#### ② 試験操作

実証試験計画書に従い実施した。

### (3) 繰返し再現性

#### ① 試験条件

本製品の繰返し再現性における試験条件は、下表に示すとおりである。

**表 4.2.3 繰返し再現性の試験条件**

| 項目 | 内容 |
|---|---|
| 実証項目 | 基本的な性能・繰返し再現性(標準試料試験) |
| 対象物質 | ポリ臭化ジフェニルエーテル |
| 対象製品名 | ポリ臭化ジフェニルエーテル（PBDE）ELISA キット（マグネティック・パーティクル） |
| 製品番号 | ロット番号：５Ｊ１７５６ |
| 製造年月日 | 平成１７年１０月 |
| 測定範囲（製品仕様） | ０．０２５～１．０μg/L |
| 試験日時 | 平成１７年１２月８日　１０：００～１２：３０ |
| 試験場所 | 名古屋市環境科学研究所　防止技術実験室 |
| 試験時室内温度 | ２３℃±１℃ |
| 使用した市販標準品 | 物質名：PBDE-47　試薬会社名：AccuStandard INC.<br>製品番号：BDE-047S　ロット番号：B2090083 |
| 検量線用ソフト名 | GENESIS-Lite（Labsystems 社製） |
| 試験機関・担当者 | 名古屋市環境科学研究所　水質部　研究員　山守 英朋 |

#### ② 試験操作

実証試験計画書に従い実施した。

### (4) 日間再現性

#### ① 試験条件

本製品の日間再現性における試験条件は、下表に示すとおりである。

**表 4.2.4 日間再現性の試験条件**

| 項目 | 内容 |
|---|---|
| 実証項目 | 基本的な性能・日間再現性(標準試料試験) |
| 対象物質 | ポリ臭化ジフェニルエーテル |
| 対象製品名 | ポリ臭化ジフェニルエーテル（PBDE）ELISA キット（マグネティック・パーティクル） |
| 製品番号 | ロット番号：５Ｊ１７５６ |
| 製造年月日 | 平成１７年１０月 |
| 測定範囲（製品仕様） | ０．０２５～１．０μg/L |
| 試験日時 | ①平成１７年１２月１日　　１０：００～１２：２０<br>②平成１７年１２月５日　　１４：００～１７：００<br>③平成１７年１２月７日　　９：５０～１２：１０ |
| 試験場所 | 名古屋市環境科学研究所　防止技術実験室 |
| 試験時室内温度 | ①　２２℃±２℃<br>②　２１℃±１℃<br>③　２３℃±１℃ |
| 使用した市販標準品 | 物質名：PBDE-47　試薬会社名：AccuStandard INC.<br>製品番号：BDE-047S　ロット番号：B2090083 |
| 検量線用ソフト名 | GENESIS-Lite（Labsystems 社製） |
| 試験機関・担当者 | 名古屋市環境科学研究所　水質部　研究員　山守 英朋 |

#### ② 試験操作

実証試験計画書に従い実施した。

### (5) 期間再現性

#### ① 試験条件

本製品の期間再現性における試験条件は、下表に示すとおりである。

**表 4.2.5 期間再現性の試験条件**

| 項目 | 内容 |
|---|---|
| 実証項目 | 基本的な性能・期間再現性(標準試料試験) |
| 対象物質 | ポリ臭化ジフェニルエーテル |
| 対象製品名 | ポリ臭化ジフェニルエーテル（PBDE）ELISA キット（マグネティック・パーティクル） |
| 製品番号 | ロット番号：５Ｊ１７５６ |
| 製造年月日 | 平成１７年１０月 |
| 測定範囲（製品仕様） | ０．０２５～１．０μg/L |
| 試験日時 | ①平成１７年１１月３０日　１０：３０～１２：３０<br>②平成１７年１２月２７日　１３：４５～１６：１０ |
| 試験場所 | 名古屋市環境科学研究所　防止技術実験室 |
| 試験時室内温度 | ①　２０℃±１℃<br>②　２０℃±１℃ |
| 使用した市販標準品 | 物質名：PBDE-47　試薬会社名：AccuStandard INC.<br>製品番号：BDE-047S　ロット番号：B2090083 |
| 検量線用ソフト名 | GENESIS-Lite（Labsystems 社製） |
| 試験機関・担当者 | 名古屋市環境科学研究所　水質部　研究員　山守 英朋 |

#### ② 試験操作

実証試験計画書に従い実施した。

### (6) キット間再現性

#### ① 試験条件

本製品のキット間再現性における試験条件は、下表に示すとおりである。

**表 4.2.6 キット間再現性の試験条件**

| 項目 | 内容 |
|---|---|
| 実証項目 | 基本的な性能・キット間再現性(標準試料試験) |
| 対象物質 | ポリ臭化ジフェニルエーテル |
| 対象製品名 | ポリ臭化ジフェニルエーテル（PBDE）ELISA キット（マグネティック・パーティクル） |
| 製品番号 | ロット番号：５Ｊ１７５６（Ａ・Ｂ）および５Ｊ１７５６ａ（Ｃ） |
| 製造年月日 | Ａ・Ｂ　平成１７年１０月<br>Ｃ　　平成１７年９月 |
| 測定範囲（製品仕様） | ０．０２５～１．０μg/L |
| 試験日時 | Ａ平成１７年１１月３０日　　８：３０～１０：３０<br>Ｂ平成１７年１１月３０日　　１０：３０～１２：３０<br>Ｃ平成１７年１１月３０日　　１３：３０～１５：３０ |
| 試験場所 | 名古屋市環境科学研究所　防止技術実験室 |
| 試験時室内温度 | Ａ　２０℃±１℃<br>Ｂ　２０℃±１℃<br>Ｃ　２０℃±１℃ |
| 使用した市販標準品 | 物質名：PBDE-47　試薬会社名：AccuStandard INC.<br>製品番号：BDE-047S　ロット番号：B2090083 |
| 検量線用ソフト名 | GENESIS-Lite（Labsystems 社製） |
| 試験機関・担当者 | 名古屋市環境科学研究所　水質部　研究員　山守 英朋 |

#### ② 試験操作

実証試験計画書に従い実施した。

### (7) 交差反応性

#### ① 試験条件

本製品の交差反応性における試験条件は、下表に示すとおりである。

**表 4.2.7 交差反応性の試験条件**

| 項目 | 内容 |
|---|---|
| 実証項目 | 基本的な性能・交差反応性(標準試料試験) |
| 対象物質 | ポリ臭化ジフェニルエーテル |
| 対象製品名 | ポリ臭化ジフェニルエーテル（PBDE）ELISA キット（マグネティック・パーティクル） |
| 製品番号 | ロット番号：５Ｊ１７５６ |
| 製造年月日 | 平成１７年１０月 |
| 測定範囲（製品仕様） | ０．０２５～１．０μg/L |
| 試験日時 | ①平成１７年１２月５日　　１０：００～１２：２０<br>②平成１７年１２月５日　　１４：００～１７：００ |
| 試験場所 | 名古屋市環境科学研究所　防止技術実験室 |
| 試験時室内温度 | ①　２１℃±１℃<br>②　２１℃±１℃ |
| 検量線用ソフト名 | GENESIS-Lite（Labsystems 社製） |
| 試験機関・担当者 | 名古屋市環境科学研究所　水質部　研究員　山守 英朋 |

**表4.2.8 使用した市販標準品**

| 物質名（標準品） | | 試薬会社名 | 規格 | 含量 | 製品番号 | ロット番号 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 対象物質 | 未標識 PBDE-47 標準品 | AccuStandard | 分析用標準品 | 5μg | BDE-047S | B4090166 |
| 類似物質 | 未標識 PBDE-99 標準品 | AccuStandard | 分析用標準品 | 5μg | BDE-099S | B4010260 |
| | 未標識 PBDE-28 標準品 | AccuStandard | 分析用標準品 | 5μg | BDE-028S | B2090083 |
| | 未標識 PBDE-100 標準品 | AccuStandard | 分析用標準品 | 5μg | BDE-100S | B4010261 |

#### ② 試験操作

実証試験計画書に従い実施した。

### 4.3 実用的な性能

#### (1) 回収特性

**① 試験条件**

本製品の回収特性における試験条件は、下表に示すとおりである。

**表 4.3.1 回収特性の試験条件**

| 項目 | 内容 |
|---|---|
| 実証項目 | 実用的な性能・回収特性(模擬環境試料試験) |
| 対象物質 | ポリ臭化ジフェニルエーテル |
| 対象製品名 | ポリ臭化ジフェニルエーテル（PBDE）ELISA キット（マグネティック・パーティクル） |
| 製品番号 | ロット番号：５Ｊ１７５６ |
| 製造年月日 | 平成１７年１０月 |
| 測定範囲（製品仕様） | ０．０２５～１．０μg/L |
| 試験日時 | 平成１７年１２月６日　　１４：００～１７：００ |
| 試験場所 | 名古屋市環境科学研究所　防止技術実験室 |
| 試験時室内温度 | ２２℃±１℃ |
| 使用した市販標準品 | 物質名：PBDE-47　試薬会社名：AccuStandard INC.<br>製品番号：BDE-047S　ロット番号：B2090083 |
| 使用した妨害物質名 | 物質名：フミン酸ナトリウム　　試薬会社名：アクロス社<br>製品番号：120860050　　ロット番号：A0207160001 |
| 検量線用ソフト名 | GENESIS-Lite（Labsystems 社製） |
| 試験機関・担当者 | 名古屋市環境科学研究所　水質部　研究員　山守 英朋 |

**表 4.3.2 使用した河川水**

| 試料番号 | 地点名 | 採水日 | 採水量 | 備考 |
|---|---|---|---|---|
| S1 | 大森橋（矢田川） | 平成 17 年 11 月 25 日 | 3L×3 本 | PH:7.6 COD: 17mgO/L |

**② 試験操作**

実証試験計画書に従い実施した。

### (2) 測定精度等

#### ① 試験条件

本製品の測定精度等における試験条件は、下表に示すとおりである。

**表 4.3.3 測定精度等の試験条件**

| 項目 | 内容 |
|---|---|
| 実証項目 | 実用的な性能・測定精度等(環境試料試験) |
| 対象物質 | ポリ臭化ビフェニルエーテル |
| 対象製品名 | ポリ臭化ジフェニルエーテル（PBDE）ELISA キット（マグネティック・パーティクル） |
| 製品番号 | ロット番号：５Ｊ１７５６ |
| 製造年月日 | 平成１７年１０月 |
| 測定範囲（製品仕様） | ０．０２５～１．０μg/L |
| 試験日時 | 平成１７年１２月９日　　１４：３０～１７：００ |
| 試験場所 | 名古屋市環境科学研究所　防止技術実験室（ELISA 法）<br>名古屋市環境科学研究所　第一機器分析室（機器分析） |
| 試験時室内温度 | ２２℃±２℃ |
| 検量線用ソフト名 | GENESIS-Lite（Labsystems 社製） |
| 試験機関・担当者 | 名古屋市環境科学研究所　水質部　研究員　山守 英朋（ELISA）<br>水質部　主任研究員　渡辺 正敏（機器分析）<br>ダイオキシン分析研究センター<br>研究員　鈴木 直喜（機器分析） |

**表 4.3.4 使用した環境試料**

| 試料番号 | 地点名 | 採水日 | 採水量 | 備考 |
|---|---|---|---|---|
| S1 | 大森橋（矢田川） | 平成 17 年 11 月 25 日 | 3L×3 本 | PH:7.6　COD:17mgO/L　SS:10mg/L<br>$Cl^-$:31mg/L |
| S2 | 小塩橋（堀川） | 同上 | 3L×3 本 | PH:6.8　COD:7.7mgO/L　SS:7.1mg/L<br>$Cl^-$:1900mg/L |
| S3 | 新瑞橋（山崎川） | 同上 | 3L×3 本 | PH:6.7　COD:2.4mgO/L　SS:8.3mg/L<br>$Cl^-$:15mg/L |

#### ② 試験操作

実証試験計画書に従い実施した。

## 5.試験結果

### 5.1 基本的な性能

#### (1) 測定範囲

#### ① 検量線作成記録

本製品における検量線の作成記録は、以下に示すとおりである。

**表 5.1.1 検量線用標準溶液の測定データ**

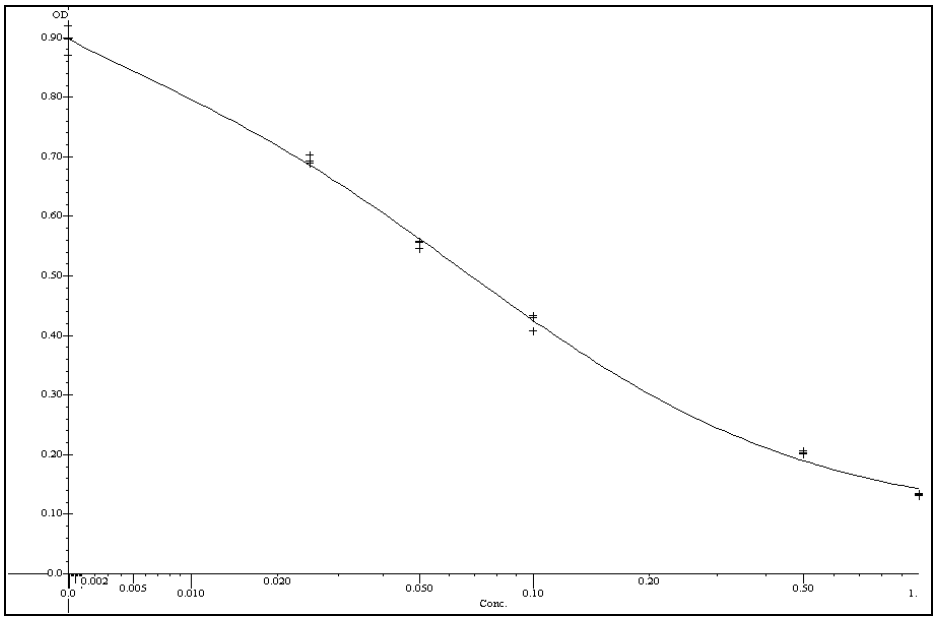
| 項目 | | 単位 | 検量線用標準溶液 | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | ﾌﾞﾗﾝｸ | STD1 | STD2 | STD3 | STD4 | STD5 |
| 所定濃度 | | μg/L | 0 | 0.025 | 0.05 | 0.10 | 0.50 | 1.0 |
| 実測回数 | | 回 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 |
| ELISA 実測 (吸光度) | 1 | － | 0.871 | 0.703 | 0.547 | 0.431 | 0.203 | 0.131 |
| | 2 | － | 0.920 | 0.694 | 0.559 | 0.408 | 0.202 | 0.135 |
| | 3 | － | 0.898 | 0.689 | 0.556 | 0.433 | 0.206 | 0.133 |

**表 5.1.2 採用した回帰式係数[ $Y = B + ( A - B )/(1 + C \cdot X^N)$ の場合 ]**

| 回帰式の係数 | A | B | C | N | $R^2$ |
|---|---|---|---|---|---|
| 値 | 0.897 | 0.087 | 13.7 | 0.991 | －* |

* ソフトウェアの仕様のため $R^2$ は計算されない

**図 5.1.1 検量線**



**② 試験結果記録**

本製品における対象物質の測定データは、以下に示すとおりである。

**表 5.1.3 対象物質試料溶液の測定データ**

| 項目 | | | 単位 | 試験用試料溶液 | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | 溶液 S0 | 溶液 S1 | 溶液 S2 | 溶液 S3 | 溶液 S4 | 溶液 S5 |
| 調製濃度 | | | μg/L | 0 | 0.025 | 0.05 | 0.10 | 0.50 | 1.0 |
| 実測回数 | | | 回 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 |
| ELISA 実測 | 吸光度 | 1 | － | 0.891 | 0.705 | 0.567 | 0.405 | 0.188 | 0.130 |
| | | 2 | － | 0.904 | 0.683 | 0.534 | 0.411 | 0.189 | 0.134 |
| | | 3 | － | 0.896 | 0.674 | 0.569 | 0.415 | 0.191 | 0.133 |
| | | 平均 | － | 0.893 | 0.687 | 0.556 | 0.410 | 0.189 | 0.132 |
| | 換算値 | | μg/L | － | 0.025 | 0.052 | 0.108 | 0.506 | 1.259 |
| 標準偏差 | | | μg/L | － | 0.003 | 0.005 | 0.003 | 0.009 | 0.064 |
| 変動係数 | | | % | － | 10.2 | 10.3 | 2.6 | 1.7 | 5.1 |
| 相対値* | | | % | － | 100 | 104 | 108 | 101 | 126 |

* 調整濃度を 100%としたときの各実測濃度（3 重測定の平均値）との割合（%）

**評　価**

メーカーの指定する検量線用の５濃度系列に試験用試料溶液を調製し検討した。５濃度系列とも、変動係数 20%以内となり良好な結果となった。したがって、測定濃度範囲は、メーカーの申請データどおり 0.025～1.0μg/L と判断される。ただし、検量線の高濃度側では、相対値が 126%とやや大きくなっており、留意する必要がある。

### (2) 検出下限及び定量下限

#### ① 検量線作成記録

本製品における検量線の作成記録は、以下に示すとおりである。

**表 5.1.4 検量線用標準溶液の測定データ**

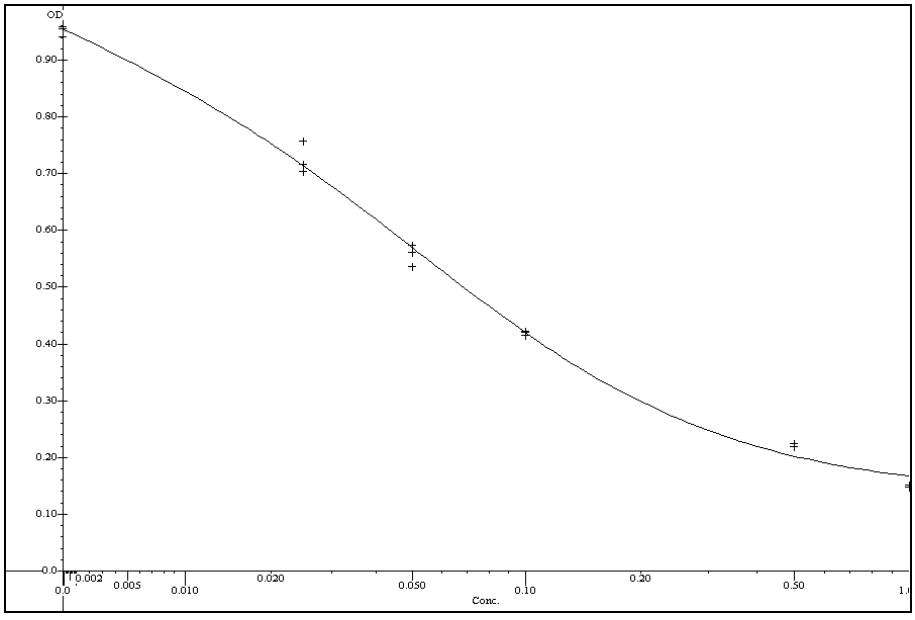
| 項目 | | 単位 | 検量線用標準溶液 | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | ﾌﾞﾗﾝｸ | STD1 | STD2 | STD3 | STD4 | STD5 |
| 所定濃度 | | μg/L | 0 | 0.025 | 0.05 | 0.10 | 0.50 | 1.0 |
| 実測回数 | | 回 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 | 3 |
| ELISA 実測 (吸光度) | 1 | － | 0.941 | 0.716 | 0.573 | 0.422 | 0.225 | 0.152 |
| | 2 | － | 0.959 | 0.757 | 0.561 | 0.416 | 0.219 | 0.148 |
| | 3 | － | 0.955 | 0.704 | 0.536 | 0.421 | 0.225 | 0.152 |

**表 5.1.5 採用した回帰式係数[ $Y = B + ( A - B )/(1 + C \cdot X^N)$ の場合 ]**

| 回帰式の係数 | A | B | C | N | $R^2$ |
|---|---|---|---|---|---|
| 値 | 0.953 | 0.132 | 22.7 | 1.08 | －* |

* ソフトウェアの仕様のため $R^2$ は計算されない

**図 5.1.2 検量線**



**② 試験結果記録（検出下限１および定量下限）**

本製品における対象物質の測定データは、以下に示すとおりである。

**表 5.1.6 対象物質試料溶液の測定データ**

| 項目 | | 単位 | 試験用試料溶液 | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | 溶液 S1 | | | | | | | |
| 調製濃度 | | μg/L | 0.025 | 0.025 | 0.025 | 0.025 | 0.025 | 0.025 | 0.025 | 0.025 |
| 実測回数 | | 回 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| ELISA 実測 (吸光度) | 1 | － | 0.742 | 0.734 | 0.717 | 0.700 | 0.706 | 0.707 | 0.712 | 0.708 |
| | 2 | － | 0.728 | 0.706 | 0.706 | 0.712 | 0.716 | 0.719 | 0.707 | 0.719 |
| | 3 | － | 0.732 | 0.719 | 0.727 | 0.720 | 0.704 | 0.726 | 0.708 | 0.710 |
| | 平均 | － | 0.734 | 0.720 | 0.717 | 0.711 | 0.709 | 0.717 | 0.709 | 0.712 |
| | 換算値 | μg/L | 0.022 | 0.024 | 0.025 | 0.025 | 0.026 | 0.025 | 0.026 | 0.025 |
| 標準偏差 | | μg/L | 0.0011 | | | | | | | |

検出下限１（3SD）＝0.0033μg/L　　定量下限（10SD）＝0.011μg/L

**③ 試験結果記録（検出下限２）**

本製品における対象物質の測定データは、以下に示すとおりである。

**表 5.1.7 対象物質試料溶液の測定データ**

| 項目 | | 単位 | 試験用試料溶液 | |
|---|---|---|---|---|
| | | | 溶液 S0 | |
| 調製濃度 | | μg/L | 0 | |
| 実測回数 | | 回 | 10 | |
| ELISA 実測 (吸光度) | １／２ | － | 0.956 | 0.941 |
| | ３／４ | － | 0.957 | 0.960 |
| | ５／６ | － | 0.976 | 0.927 |
| | ７／８ | － | 0.923 | 0.931 |
| | ９／１０ | － | 0.936 | 0.950 |
| 平均値 | | － | 0.9457 | |
| 標準偏差 | | － | 0.0169 | |